

29/02/00

Observations sur le dosage de l'huile des graines de cotonnier*

J. BOURELY**

RÉSUMÉ

L'auteur rappelle la méthode classique de dosage de l'huile des graines oléagineuses par extraction au solvant. Il décrit ensuite la méthode russe, beaucoup plus simple et rapide. Quinze échantillons différents, finement broyés, sont introduits dans des sachets en papier filtre préalablement séchés et tarés. Après dessiccation et pesée, l'huile est extraite au Soxhlet pendant 7 heures.

Les sachets sont retirés de l'appareil; le solvant qu'ils contiennent est évaporé, puis ils sont à nouveau séchés et pesés.

La teneur en huile, exprimée à 0 % d'humidité, est obtenue par différence de poids des sachets avant et après leur traitement par l'hexane. L'examen détaillé des conditions opératoires met en évidence le gain de temps réalisé par rapport à la méthode classique et la simplicité des manipulations.

L'étude statistique des résultats d'analyses de graines et de farines définit les variations qui sont dues au manque d'homogénéité de la matière première et celles qui sont liées aux seules conditions opératoires.

L'analyse d'un même échantillon de graines de coton réparti en cinq lots suivant le diamètre des graines montre que la composition des graines est très différente selon leur diamètre, donc leur volume. Les teneurs en huile et en protéines totales augmentent avec le calibre des graines, alors que celle du gossypol total diminue.

Le poids de 100 graines (seed index) et le rapport « poids d'amandes contenues dans 100 grammes de graines » progressent d'une manière linéaire avec le calibre des graines. La composition chimique de l'huile demeure constante, quel que soit le volume des graines.

Les principales méthodes de détermination de la teneur en huile des graines oléagineuses sont enfin passées en revue.

Les modalités d'action de différents solvants sont examinées dans ce cas particulier des amandes des graines du cotonnier.

Mots clés : huile, dosage, graines, coton, méthode.

INTRODUCTION

Le « coton-graine » que l'on récolte après la déhiscence de la capsule du cotonnier fournit 30 à 40 % de son poids en fibres, principale ressource de la production cotonnière. Le reste est constitué par des graines revêtues (*Gossypium hirsutum*) ou non revêtues (*Gossypium barbadense*) d'une pilosité plus ou moins dense, le linter.

On ignore généralement, dans les pays non producteurs, que ces graines contiennent une huile comestible, qui constitue 20 à 25 % du poids de la graine, et des protéines (20 % de la graine), utilisables dans l'alimentation animale et humaine. L'huile de coton

représentait, en 1974, 6 % de la totalité des corps gras d'origine animale et végétale consommés dans le monde.

La production mondiale d'huile de coton était, pour la campagne 1979-80, voisine de 3 millions de tonnes (tabl. 1), ce qui plaçait le cotonnier au cinquième rang des plantes oléagineuses, derrière le soja, le tournesol, le colza et l'arachide. Industriellement, l'huile est extraite par pression, par solvant, ou par combinaison de ces deux procédés. Elle est utilisée pour l'assaisonnement, pour la friture et pour la fabrication de margarine ou autres produits; par exemple, en biscotterie et biscuiterie. Elle présente l'avantage de ne pas renfermer d'acide gras linolé-mique, mais de posséder de hautes teneurs en acide linoléique, d'une part (acide gras polyinsaturé essentiel à l'homme) et des tocophérols, d'autre part (qui sont des inhibiteurs naturels d'oxydation).

* Ce travail a pu être réalisé grâce à la collaboration technique de : Mesdames C. MARQUIE et V. VIALETES, tant pour les analyses que pour l'illustration du texte.

** Chef du Laboratoire de Chimie des Plantes textiles, I.R.C.T.-G.E.R.D.A.T., Montpellier.

Tableau 1. — *Production mondiale d'huiles végétales fluides (*)*
(en milliers de tonnes métriques)

	Années de production				
	1976/1977	1977/78	1978/79	1979/80	1980/81 (prévision)
Soja	10 470	12 490	13 180	14 130	14 530
Tournesol. ..	3 665	4 540	4 575	5 545	4 600
Colza	2 310	2 650	3 635	3 555	3 685
Coton	2 675	2 955	2 850	3 060	3 100
Arachide ...	3 130	3 085	3 285	3 285	2 810
Olive	1 455	1 495	1 590	1 485	1 905
Sésame	625	655	660	690	
Maïs	485	520	550	585	
Carthame ...	190	285	355	355	
Autres huiles	610	635	665	680	2 330
Total	25 615	29 310	31 365	33 370	22 960

* Données présentées aux congrès de l'Association internationale des Triturateurs de graines oléagineuses (I.A.S.C.) d'avril 1980 et de juin 1981.

Le gossypol, polyphénol toxique, est éliminé au cours du raffinage.

L'élaboration industrielle de l'huile obéit à des critères différents de ceux que nécessite l'extraction à des fins analytiques. Il est impératif, au laboratoire, d'extraire quantitativement la totalité des matières grasses. Un tel traitement exhaustif serait jugé trop onéreux dans l'industrie.

De plus, dans les laboratoires qui travaillent pour la sélection et la recherche, il est nécessaire de pouvoir traiter le plus grand nombre d'échantillons

dans un minimum de temps. Pour cela, il faut disposer de méthodes rapides de dosage.

Le but de ce travail est de présenter la méthode russe, simple et rapide, qui permet la détermination de la teneur en huile des graines des plantes oléagineuses (coton, arachide, soja, etc.). Avant d'examiner cette méthode et afin de pouvoir en réaliser une étude critique, nous décrirons la méthode admise généralement, dans les laboratoires officiels, comme méthode classique de référence (WOLFF, 1963 - IASC, 1963 - AFNOR - NF V 03 - 905, 1966).

1) MÉTHODE CLASSIQUE DE DOSAGE DE L'HUILE DES GRAINES OLÉAGINEUSES : EXTRACTION AU SOXHLET PAR SOLVANT

Une prise d'essai de 10 grammes d'échantillon, convenablement broyée, est pesée à la balance de précision, puis introduite dans une cartouche de cellulose. On place la cartouche dans l'extracteur; on extrait, à l'hexane ou à l'éther de pétrole, la matière grasse pendant 4 heures. On laisse refroidir. On retire la cartouche de l'extracteur, on la laisse égoutter; on évapore le solvant à l'air libre. On récupère la matière dans un mortier, on ajoute 10 g de sable, on triture l'ensemble, puis on procède à une nouvelle extraction pendant 2 heures. On triture à nouveau le mélange de sable et de farine. On effectue ensuite une, voire deux autres extractions

de 2 heures dans des conditions identiques. L'huile extraite au cours de ces différents traitements est récupérée dans un ballon taré, puis pesée après élimination de toute trace de solvant. On en déduit la teneur en huile, calculée pour 100 g d'échantillon tel quel ou à 0 % d'humidité, la teneur en humidité étant déterminée sur une prise d'essai séparée (méthode NF 03 - 903 AFNOR 1966). Cette méthode est longue. Elle nécessite de nombreuses manipulations (transvasements, broyages) qui sont à l'origine de sources d'erreurs. Une prise d'essai séparée doit être effectuée pour déterminer la teneur en humidité des échantillons.

2) MÉTHODE PROPOSÉE : LA MÉTHODE RUSSE (fig. 1 et 2)

Plusieurs variantes de cette méthode sont utilisées, sous le nom de méthode russe, par exemple à la station d'Amélioration des Plantes, à Varamine, en Iran (méthodes de POSTOVITCH et de ROHO-

CHOWSKI). Il ne nous a pas été possible de réunir de références bibliographiques sur ces auteurs, ni de remonter à l'origine exacte de cette méthode russe.

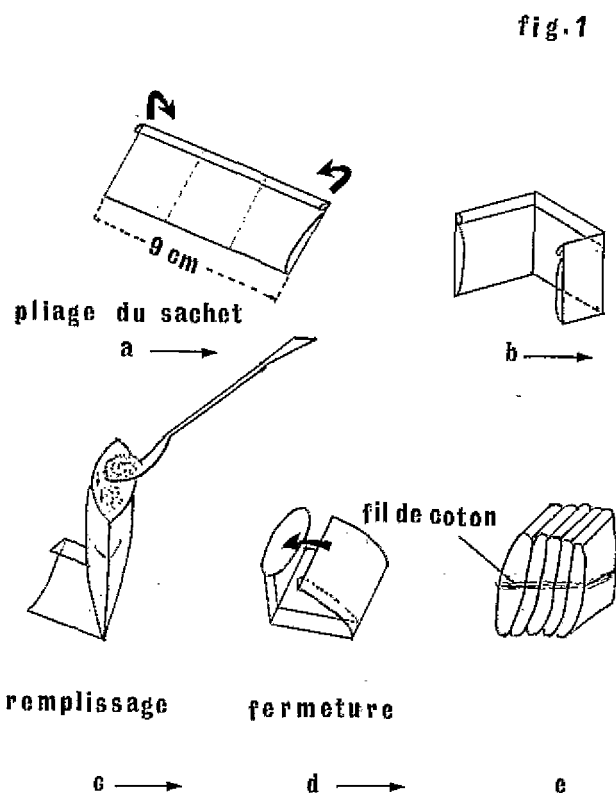
Objet et domaine d'application

Méthode simple et rapide de détermination de la teneur en huile des graines oléagineuses (arachide, soja, graines délintées de cotonnier, etc.) et de leurs dérivés (amandes, tourteaux, farines).

Quantité minimale de matière première nécessaire pour une analyse : 5 à 6 g.

Principe de la méthode

La matière première, broyée et séchée, est introduite dans un sachet de papier filtre. L'extraction de l'huile s'effectue, au soxhlet, à l'hexane technique. La teneur en huile est calculée, à 0% d'humidité, par différence de poids du sachet avant et après extraction complète des lipides.

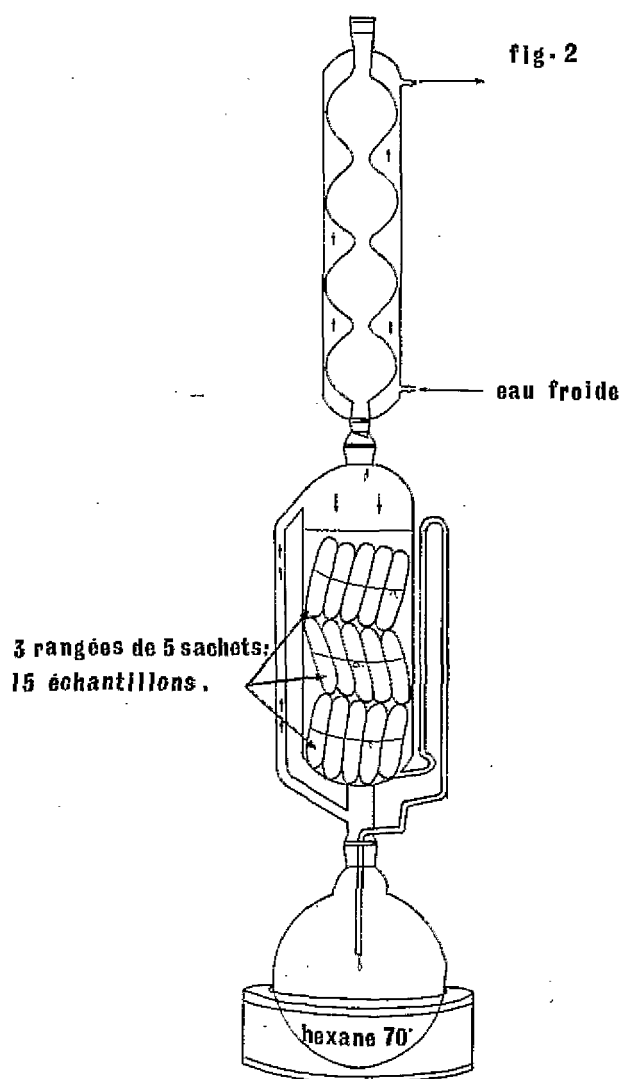
Mode opératoire (fig. 1 et 2)

On découpe 30 carrés de papier filtre (de type F.W. BERZELIUS, ou WHATMAN, par exemple), de 9 cm de côté et pesant, en moyenne, 0,6 g chacun. On les plie de telle sorte qu'ils constituent des petits sachets (fig. 1) dans lesquels on emprisonnera la matière à traiter. Deux sachets, « a » et « b », sont attribués par échantillon et portent leur dénomination. On dépose les sachets vides pendant 15 mn dans une étuve thermostatée à 105°C. On les laisse refroidir 15 mn dans un dessiccateur en verre contenant du gel de silice anhydre. On les pèse à la balance de précision. On broie ensuite 5 à 6 g de chaque échantillon. On en prélève deux prises d'essai de 2,5 g chacune, que l'on place respectivement dans les

feuilles « a » et « b ». On plie et on ferme convenablement les sachets de manière à y emprisonner la matière.

On dispose les sachets 1 h 30 mn dans l'étuve à 105°C, afin de les dessécher complètement. On les laisse refroidir ensuite 15 mn dans un dessiccateur, puis on les pèse.

Les 15 sachets « a » sont liés 5 par 5 et placés sur 3 rangs superposés (fig 2) dans un soxhlet A. Les 15 sachets « b » sont groupés de même dans un soxhlet B. On extrait l'huile par l'hexane technique pendant 7 heures. On retire les sachets de l'extracteur. Pour évaporer le solvant qu'ils contiennent, on les dépose, sur un papier filtre, dans une hotte ventilée, pendant 1 heure. On prend soin de les retourner après la première demi-heure.



On place ensuite les sachets dans l'étuve à 105°C pendant exactement 1 h 15 mn. On les laisse refroidir dans le dessiccateur durant 15 mn, puis on les pèse.

Calculs

Tous les calculs sont effectués pour des matières premières à 0 % d'humidité.

Soit p le poids du sachet de papier filtre vide.

Soit g le poids du sachet plein renfermant la prise d'essai avant son traitement (papier, plus prise d'essai).

Soit gl le poids du sachet plein, renfermant la prise d'essai après extraction de l'huile (papier, plus prise d'essai, moins huile).

La teneur en huile, ha , pour 100 g d'échantillon, exprimée à 0 % d'humidité, est fournie par la formule suivante :

$$ha = \frac{(g - gl) \times 100}{g - p}$$

Un calcul identique, effectué pour le sachet « b », donne hb . Si ha et hb ne diffèrent pas de plus de 0,5 g (pour des graines de coton), le résultat est considéré comme valable ; sinon, l'analyse doit être recommencée.

Comparée à la méthode classique, cette méthode présente l'avantage de traiter simultanément 15 échantillons au lieu d'un seul et de ne pas nécessiter la détermination de la teneur en humidité. L'extraction se poursuit sans interruption ni manipulation intermédiaire pendant seulement 7 heures.

A) Etude détaillée des conditions opératoires

1) Le séchage

Avant d'être pesée, la matière est séchée à 0 % d'humidité. Il n'est donc plus nécessaire d'évaluer l'humidité initiale des échantillons. On élimine ainsi les sources d'erreurs qui peuvent s'attacher à cette mesure. On sait, en effet, que l'humidité évolue sensiblement lors des différentes manipulations et des prélèvements, ce qui entraîne des variations pondérales non négligeables des matières traitées.

Il est nécessaire que la dessiccation soit conduite à son terme avant chaque pesée. Ceci impose de connaître le temps de séchage minimum des échantillons. Or, la durée du séchage varie en fonction de la nature de la matière première, de sa masse, de sa granulométrie et de son humidité initiale. Aussi doit-on travailler sur des graines, amandes, tourteaux ou farines, finement broyés, conditionnés au laboratoire pendant plusieurs jours, et dont le taux d'humidité ne dépasse pas 5 à 7 %, par exemple.

De plus, on admet que le séchage est terminé lorsque la différence de poids des sachets, avant et après un séjour d'une demi-heure à l'étuve à 105 °C, est inférieure ou égale à 5 mg.

Temps de séchage des sachets garnis de 2,5 g de graines broyées

Avant l'extraction de l'huile

La figure 3 montre les variations de l'humidité résiduelle des sachets, exprimée en pourcentage par

rapport à leur humidité initiale, en fonction du temps de séchage à l'étuve 105 °C.

On constate que les sachets sont complètement secs après un séjour de 1 h 30 à l'étuve.

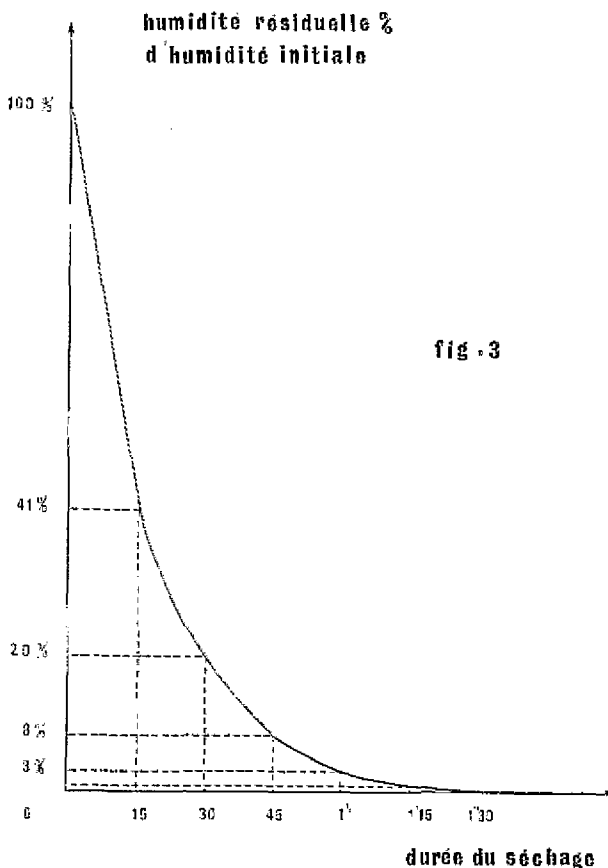


fig. 3

Après l'extraction de l'huile

La dessiccation complète est obtenue après passage de 1 h 15 à l'étuve (puis de 15 mn au dessiccateur).

2) Choix du solvant d'extraction

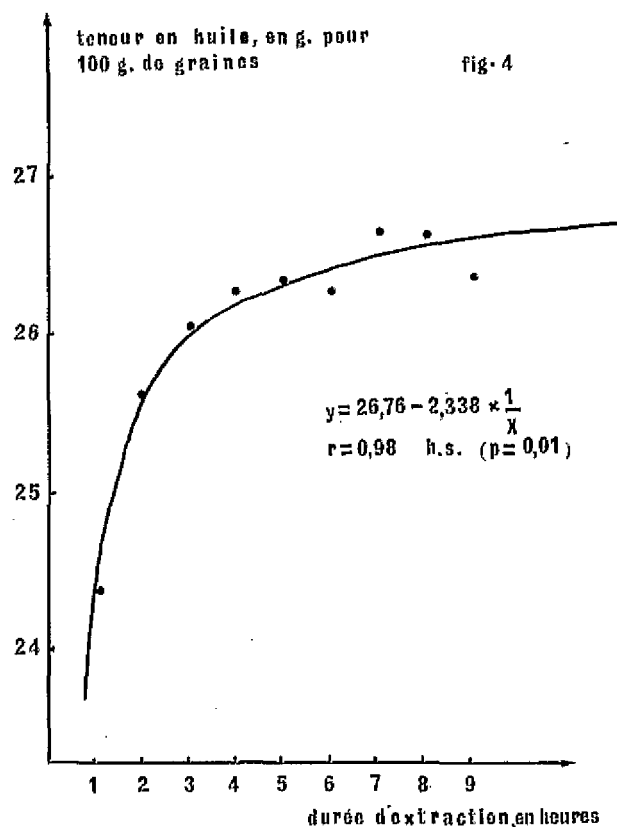
L'hexane technique ou l'éther de pétrole (point d'ébullition 40-60 °C) donnent des résultats comparables.

L'hexane technique est retenu comme étant le solvant le plus souvent utilisé, dans les laboratoires comme dans l'industrie. L'hexane technique est constitué, en moyenne, de 46 % d'hexane pur, 20 % de méthyl pentane, 13 % de diméthyl butane et 1 % de benzène.

3) Durée minimale d'extraction de l'huile

La figure 4 montre qu'avec un extracteur de 200 ml et deux siphonnages par heure, des graines de coton possédant 26,39 % d'huile sont entièrement délipidées après 5 à 7 heures de traitement. On remarque que le fait d'utiliser des matières sèches réduit la durée d'extraction de l'huile. Le processus est très rapide

au cours de la première heure ; il se ralentit pendant les deux heures suivantes, puis la courbe tend vers une valeur asymptotique (fig. 4).



B) Etude statistique des résultats

Pour réaliser cette étude, le même échantillon de graines de coton (*Gossypium hirsutum* L.), de la variété bulgare Pavlikeni, cultivée à Montpellier en 1980, a été analysé 44 fois.

Notons que les résultats de l'analyse statistique sont identiques, si l'on limite le nombre des observations à 15 au lieu de 44.

1) Analyse des données brutes

La moyenne de 44 déterminations est de 26,22 g d'huile pour 100 g de graines séchées à 0 % d'humidité.

Les valeurs extrêmes sont respectivement 25,26 g % et 27,41 g %.

L'écart-type est égal à 0,45 et le coefficient de variation 1,71.

2) Analyse pratique

En réalité, dans la pratique, on donne comme résultat la moyenne de deux déterminations. Par conséquent, l'étude statistique doit être effectuée sur seulement 22 nombres qui sont chacun la moyenne de deux déterminations prises au hasard deux par deux.

Dans ces conditions, l'écart-type n'est plus que 0,24, le coefficient de variation 0,91 et l'intervalle de confiance compris entre $26,22 \pm 0,48$, soit 25,74 et 26,70.

Notons que, si l'on réalise la même étude statistique sur 8 résultats d'analyses fournis par la méthode classique, on trouve un écart-type de 0,77 et une moyenne de 26,32.

3) Causes possibles des variations des résultats d'analyse

Les variations que l'on observe lorsqu'on effectue plusieurs déterminations de la teneur en huile d'un même échantillon peuvent être attribuées à deux causes principales :

- des différences d'extraction de l'huile d'un sachet à l'autre, liées aux conditions opératoires (position des sachets dans l'extracteur, mauvaise répartition du solvant dans la masse, etc.) ;
- le manque d'homogénéité de la matière première.

Afin d'évaluer seulement l'influence des conditions opératoires, il eût fallu disposer d'une matière première homogène dont la teneur en huile soit parfaitement connue. A défaut d'un tel témoin, nous avons utilisé une farine industrielle issue de graines décortiquées de cotonnier glandless, traitées en usine par pression puis par solvant, en Côte-d'Ivoire, en 1980 (tourteau délipidé et broyé). Afin de disposer d'une matière encore plus homogène, cette même farine a été tamisée sur mailles de 2 mm. Les plus gros morceaux de coques et de résidus fibreux sont ainsi éliminés.

Nous avons analysé également les graines « tout venant » et les graines calibrées, de diamètres compris entre 4 et 4,5 mm, d'un même échantillon. La farine tamisée a été traitée isolément dans un seul soxhlet. Les autres lots, à raison de 15 sachets chacun, ont été répartis, au hasard, en 9 rangées de 5 sachets, dans 3 soxhlets. Le tableau 2 et la figure 5 donnent les résultats.

On note que les écarts-types des résultats d'analyses des graines « tout venant » et des graines calibrées sont sensiblement identiques (0,40 et 0,38), de même que les coefficients de variation (1,49 et 1,42). Pour ces deux échantillons, le manque d'homogénéité de la matière première entraîne donc des variations des résultats qui sont peu perceptibles par rapport à celles qui sont liées aux seules conditions opératoires. Autrement dit, pour l'échantillon moyen et pour les graines calibrées, les conditions opératoires sont telles que l'hétérogénéité entre les deux échantillons n'est pas suffisante pour produire des variations importantes des résultats.

Par contre, pour la farine industrielle, le fait de l'homogénéiser par tamisage réduit très sensiblement le coefficient de variation, qui passe de 21,97, pour la farine telle quelle, à 13,55 pour la farine tamisée.

D'un lot à l'autre, l'un (graines) à forte teneur en huile (26,84 et 26,70), l'autre (farine), à faible teneur en huile (0,91 et 1,59), les coefficients de variation varient considérablement puisqu'ils passent respectivement de 1,42 à 13,55 pour les graines calibrées et la farine tamisée. Ceci prouve que la méthode est

Tableau 2. — *Analyse statistique : variations de la teneur en huile liées à l'hétérogénéité de la matière première*
(résultats donnés en grammes d'huile pour 100 grammes de matière première à 0 % d'humidité)

	Graines délintées		Farine industrielle	
	« tout venant » : échant. moyen	calibrées : dia- mètre compris entre 4 et 4,5 mm	telle quelle	tamisée
	26,16	26,47	0,99	1,47
	27,26	26,82	0,95	1,49
	26,62	26,46	0,92	1,26
	26,20	27,31	1,34	1,86
	26,70	27,11	1,07	1,69
	27,10	27,25	0,65	1,44
	26,76	26,57	1,07	1,71
	27,22	26,72	0,93	1,38
	27,21	26,50	0,90	1,31
	26,92	27,12	0,60	1,71
	26,98	27,00	0,99	1,95
	27,20	26,61	0,87	1,55
	26,59	26,38	0,82	1,66
	26,25	26,03	0,57	1,87
	27,39	26,26	0,95	
Moyenne	26,84	26,70	0,91	1,59
Ecart-type	0,40	0,38	0,20	0,215
Intervalle de confiance pour $p = 0,01$	$26,84 \pm 0,22$	$26,70 \pm 0,21$	$0,91 \pm 0,05$	$1,59 \pm 0,05$
Coefficient de variation ..	1,49	1,42	21,97	13,55

d'autant moins précise que la matière analysée contient moins de matières grasses.

La figure 5 montre, d'autre part, que pour un même échantillon (graines broyées ou farine industrielle), la teneur en huile est pratiquement indépendante de la position du sachet dans l'extracteur. Par conséquent, l'extraction de la matière grasse se produit uniformément au sein de l'appareil.

Nous avons cherché à caractériser d'une manière plus précise l'hétérogénéité d'un même lot de graines de coton et à déterminer dans quelle mesure les variations des résultats d'analyses peuvent masquer cette hétérogénéité. Pour cela, des graines de la variété bulgare Pavlikeni ont été calibrées en cinq lots différents sur tamis métalliques à mailles rectangulaires, suivant une méthode mise au point par la Division de Technologie de l'I.R.C.T. (tabl. 3). La dimension des mailles définit le diamètre, donc le volume des graines. Nous avons procédé à l'analyse séparée des graines des cinq différents calibres et à celles des graines « tout venant » (échantillon moyen).

Pour compléter cette étude et afin de caractériser, par d'autres éléments de comparaison, l'hétérogé-

néité de ces 5 lots de graines, l'analyse chimique du gossypol total (Tentative Method Ba 3 - 55 - AOCS, corrigée 1964) et celle des protéines totales ($N_2 \times 6,25$, selon KJELDAHL) ont été effectuées.

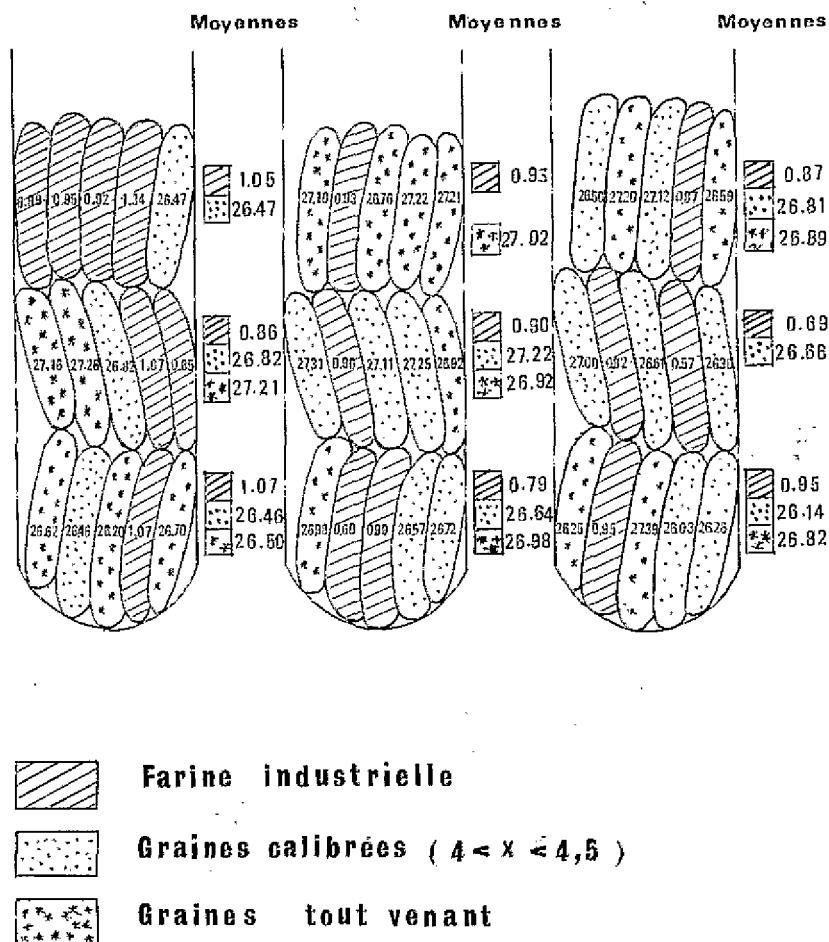
Les résultats figurent dans les tableaux 3 et 4. On constate que la composition des graines est très différente selon leur diamètre, donc leur volume.

Les teneurs en huile et en protéines totales ($N \times 6,25$) augmentent avec le calibre des graines, alors que celles du gossypol total diminuent. On peut expliquer que la teneur en gossypol diminue lorsque le volume des graines augmente, si l'on admet que le nombre des glandes à gossypol est identique dans toutes les graines, quelles que soient leurs dimensions. Le taux d'humidité demeure pratiquement identique, quelle que soient les dimensions des graines.

La teneur en huile des graines « tout venant », calculée à partir des proportions relatives des graines des différents calibres et de leurs teneurs respectives en huile (données dans le tableau 3) est de 26,63 %, alors que, par analyse directe, on obtient 26,89 %. Par conséquent, l'analyse de graines « tout

TENEUR EN HUILE

fig. 5



venant» de l'échantillon moyen, telle qu'elle est pratiquée au laboratoire pour les analyses de routine, donne bien des résultats représentatifs du lot considéré. Un calcul identique effectué pour le gossypol total donne 1,19 g% contre 1,12 g% par analyse directe.

Notons que la chromatographie en phase gazeuse des acides gras totaux des différentes huiles extraites donne des résultats identiques pour toutes les graines. La composition chimique de l'huile est donc la même, quel que soit le calibre des graines d'où elles sont issues.

On remarque également, dans le tableau 4, que les variations des résultats d'analyses des graines d'un même calibre sont suffisamment faibles pour laisser apparaître, d'une manière évidente, des différences hautement significatives entre les teneurs en huile des graines des différents lots (sauf pour les calibres 5 mm et 4,5 à 5 mm) (voir aussi fig. 6).

Les figures 6, 7 et 8 montrent respectivement les variations des teneurs en huile, du seed index (poids de 100 graines délintées saines) et du rapport poids d'amandes/100 g de graines en fonction du calibre des graines. On note que le seed index et le rapport amandes/graines varient d'une manière linéaire avec le calibre des graines. Par contre, la teneur en huile augmente très rapidement avec le diamètre des graines, puis tend vers une valeur asymptotique.

Lorsque la graine grossit, l'amande se développe proportionnellement beaucoup plus que la coque, ce qui explique que la teneur en huile progresse très rapidement avec le calibre des graines. Par contre, la teneur en huile, ramenée à 100 g d'amandes, demeure pratiquement constante. La proportion de l'huile dans l'amande reste donc la même quand le volume de celle-ci s'accroît.

Tableau 3. — *Analyse chimique d'un même échantillon de graines délintées réparties suivant leur calibre*

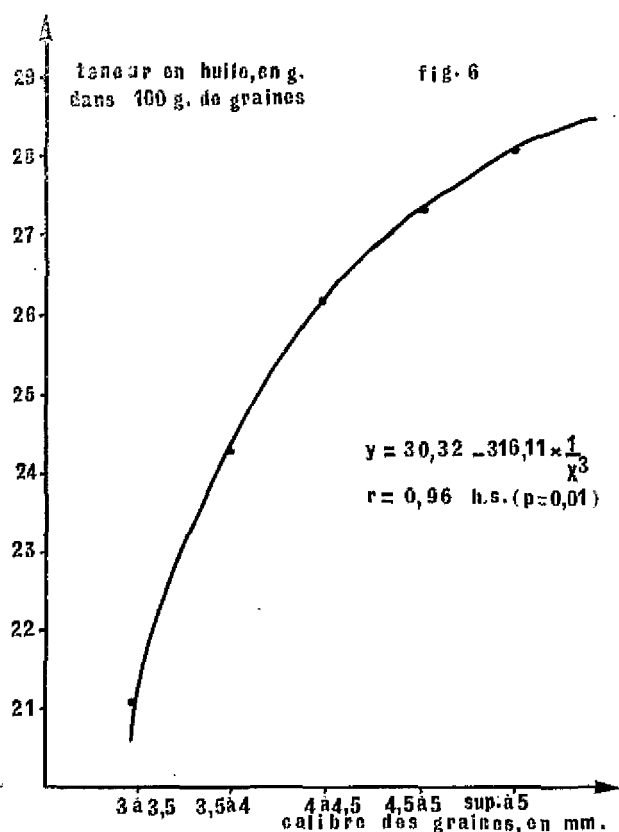
Plus grande dimension de la maille du tamis (diamètre maximum des graines)	Proportion relative des graines des ≠ calibres	Résultats d'analyses			
		Huile*	Protéines* totales (N × 6,25)	Humidité**	Gossypol* total
Plus de 5 mm	2,52 %	27,40	21,10	6,12	1,03
Entre 4,5 et 5 mm.	37,11	27,33	20,97	6,95	1,18
Entre 4,0 et 4,5 mm.	46,06	26,50	19,48	6,94	1,20
Entre 3,5 et 4,0 mm.	13,39	25,56	18,36	6,77	1,26
Entre 3,0 et 3,5 mm.	0,89	20,37	17,65	6,72	
Moins de 3 mm	0,01				
Graines « tout venant » (échantillon moyen)	100	26,89		6,82	1,12

* Données à 0 % d'humidité en grammes pour 100 grammes de graines délintées.

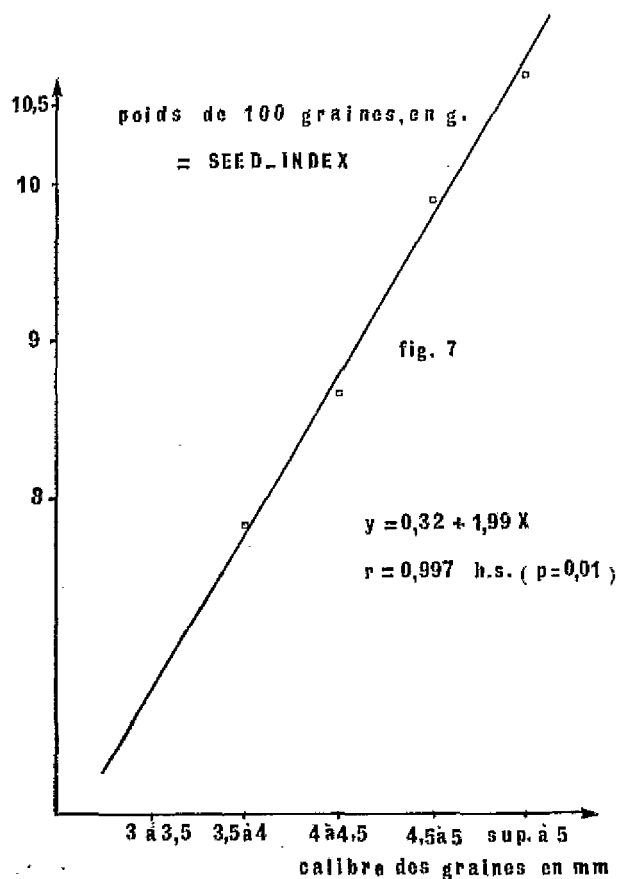
** En grammes, pour 100 grammes de graines délintées.

Tableau 4. — *Teneur en huile d'un même échantillon de graines délintées réparties en 5 lots suivant leur calibre*

Calibre des graines (diamètre, x, en mm)	1 plus de 5,0	2 4,5 < x < 5,0	3 4,0 < x < 4,5	4 3,5 < x < 4,0	5 3,0 < x < 3,5
Teneur en huile en grammes, à 0 % d'humidité	27,13	27,51	26,60	25,87	20,14
	27,35	27,47	26,80	25,42	20,60
	27,61	26,93	26,46	25,04	
	27,27	27,12	26,49	25,32	
	27,50	27,38	26,25	25,83	
	27,59	27,56	26,45	25,88	
Moyenne	27,40	27,33	26,50	25,56	20,37
Ecart-type	0,19	0,25	0,16	0,35	
Coefficient de variation	0,69	0,91	0,60	1,36	
Seed index (poids de 100 graines délintées, saines, en grammes)	10,74	9,88	8,66	7,83	
Rapport : amandes, en grammes, pour 100 grammes de graines	65,57	64,96	63,87	62,87	62,15



verre, pour bien imbiber toutes les graines. La cellulose se dissout dans l'acide. Quand aucune trace apparente de fibres ne subsiste (toute coloration blanche a disparu), on transvase les graines sur un tamis fin, en plastique de préférence; une passoire à usage culinaire peut être utilisée. On les lave abondamment à l'eau courante. On plonge ensuite les graines, toujours retenues sur le tamis, dans une solution diluée de bicarbonate de soude, pour neutraliser l'acide. On agite pendant quelques minutes, puis on lave à l'eau courante. On laisse égoutter à l'air libre, puis on dépose les graines sur une feuille de papier filtre. On les sèche de préférence dans une étuve ventilée, à 50°C, pendant 10 heures. Après refroidissement, on pèse les graines délintées (soit B ce poids).



C) Expertise chimique des graines de coton

Pour compléter nos observations, nous décrivons le protocole utilisé au laboratoire pour déterminer la teneur en huile des graines de coton.

— Egrenage

Après la récolte, le coton-graine subit l'égrenage, en usine ou dans des laboratoires spécialisés de technologie. Par cette opération, la fibre textile, ou « lint », est séparée de la graine. La pilosité résiduelle, ou linter, qui subsiste sur la graine doit être éliminée, l'analyse chimique devant être effectuée sur la graine nue (ou sur l'amande après décortilage de la graine).

— Délintage

Les impuretés visibles (débris divers, graines vides, morceaux de coques) sont soigneusement écartées. On pèse 30 à 50 g de graines (soit A ce poids) que l'on aura laissé conditionner à la température ambiante pendant plusieurs jours.

On transvase les graines dans un bécher en verre ou en plastique résistant à l'acide sulfurique concentré. On verse 30 ml d'acide sulfurique concentré (densité 1,84) en remuant avec un agitateur en

Le taux de linters, évalué en g pour 100 g de graines telles quelles, est égal à :

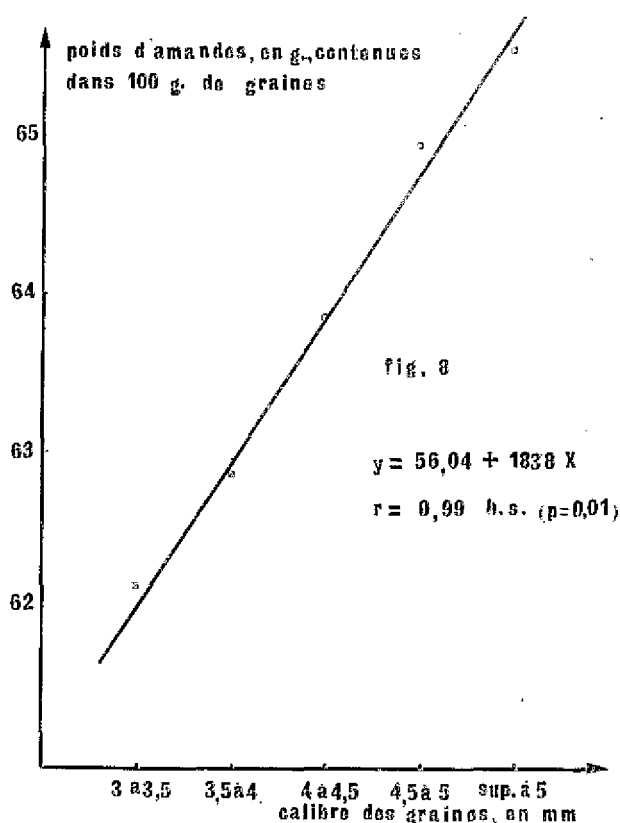
$$\frac{(A - B) \times 100}{A}$$

A

— Remarque

Le délitage des graines de coton à l'acide chlorhydrique en atmosphère confinée à 115°C pendant une heure (méthode AFNOR NF V03-905, 1966, qui reproduit la méthode américaine « Draft-forced method » A.O.C.S. A a 7-44 de juin 1955) est une méthode longue et délicate à mettre en œuvre. De plus, à cette température (115°C) les vapeurs d'acide chlorhydri-

que peuvent pénétrer au niveau de l'amande et en modifier chimiquement les constituants. Comme les graines doivent être analysées après délintage, elles doivent, par conséquent, subir un minimum d'altérations. C'est pourquoi on préfère utiliser la méthode à l'acide sulfurique (I.R.C.T., 1972) que nous venons de décrire. L'acide sulfurique concentré agit, à froid, sur la partie externe de la graine et pendant seulement une à deux minutes. L'acide ne pénètre pas à l'intérieur de la graine. Aucune acidité résiduelle ne doit subsister. A cet effet, dès que la cellulose est dissoute, les graines sont abondamment lavées à l'eau courante et l'acide est immédiatement neutralisé par une solution de bicarbonate de sodium et éliminé par plusieurs lavages successifs à l'eau courante. CLARK (1980) a montré que l'huile des graines délintées à l'acide sulfurique possède les mêmes qualités que celle des graines qui sont délintées mécaniquement.



1) Tri des graines délintées, détermination du taux d'impuretés

Les impuretés grossières le plus facilement visibles ont déjà été éliminées avant délintage. A ce stade, cependant, le linter fixé sur les coques masque encore un grand nombre de débris de toutes sortes : morceaux de coques, graines cassées, vides ou avortées, corps étrangers. Par contre, après délintage, on les distingue parfaitement. On peut les éliminer aisément et en calculer le taux par rapport aux « graines totales ». Un même lot comporte parfois des graines noires, saines, et des graines claires, immatures. Dans ce cas, on établit aussi le pourcen-

tage des graines claires par rapport aux graines saines. On effectuera des analyses séparées sur ces deux types de graines. On observe fréquemment des différences de 10 unités entre les teneurs en huile des graines noires et celles des graines plus claires. De préférence, cependant, lorsque l'échantillon est suffisamment homogène, l'analyse chimique porte sur l'ensemble des « graines nues saines ». L'échantillon moyen des graines « tout venant » représente bien, en effet, les caractéristiques de l'ensemble des graines considérées (voir plus haut).

2) Détermination du seed index

Le poids de 100 graines, nues saines (seed index), fournit une indication intéressante sur la qualité des graines. Un seed index élevé va généralement de pair avec une forte teneur en huile (tabl. 4).

3) Détermination du rapport amandes/graines

On décortique manuellement les graines de deux prises d'essai de 2 g chacune. On pèse séparément les amandes et les coques. On en déduit le poids d'amandes contenues dans 100 g de graines. Des graines riches en huile possèdent généralement un rapport « amandes/graines » élevé.

4) Détermination de la teneur en huile

Le choix de la méthode de dosage de l'huile est fonction de l'utilisation que l'on fera des matières résiduelles après l'extraction de l'huile. Si l'on ne désire pas les conserver, la méthode russe peut être utilisée.

Par contre, lorsqu'on doit analyser l'huile et la farine délipidée résiduelle, on emploie la méthode classique ainsi modifiée : on traite 15 g de graines broyées dans une cartouche en cellulose ou en verre fritté, pendant 15 heures au soxhlet, à l'hexane technique. Une autre prise d'essai, de 3 g environ, sert au dosage de l'humidité.

L'huile est récupérée dans le ballon d'extraction, après distillation de la plus grande partie du solvant. Elle est ensuite transvasée quantitativement dans une fiole jaugée de 50 ml, que l'on complète au volume avec de l'hexane. Une partie aliquote de cette solution mère est évaporée dans une capsule « anti-grimpante » tarée et évaporée à sec. Elle permet le dosage pondéral de l'huile.

D'autres prises d'essai sont utilisées pour l'analyse chimique de l'huile (acidité, acides gras totaux, etc.). De son côté, la cartouche est retirée de l'extracteur et la farine qu'elle contient est séchée, puis analysée.

Pour une expertise plus complète, la farine est rebroyée au mortier avec du sable fin, traitée à nouveau deux heures à l'hexane. L'huile extraite est mélangée à l'huile précédemment récupérée et pesée avec cette dernière.

Pour des analyses plus fines, une extraction au chloroforme-méthanol peut être utilisée (HUBBARD et coll., 1977). Elle permet de récupérer et d'examiner séparément les différents constituants de la phase

chloroformique (lipides) et ceux de la phase aqueuse (glucides, acides organiques, etc.). Cette dernière mé-

thode présente l'avantage de traiter de très faibles quantités d'échantillons (moins de 1 g).

CONCLUSIONS

Les sélectionneurs et les chimistes disposent de toute une gamme de méthodes pour évaluer la teneur en huile des graines oléagineuses et de leurs dérivés. Certaines d'entre elles font appel à un matériel sophistiqué (spectroscopie infra-rouge, résonance magnétique nucléaire) et se prêtent, avec ou sans destruction, à des analyses de grandes séries d'échantillons. D'autres, beaucoup plus simples (extraction au solvant) sont d'un emploi plus général ; ce sont les méthodes courantes. Les dernières, enfin (extraction au mélange chloroforme méthanol, saponification directe, puis dosage des esters méthyliques, etc.), du domaine de la recherche, ne sont utilisées que lorsque l'analyse détaillée des différents constituants doit être effectuée.

La méthode russe permet, grâce à un appareillage classique et simple, donc peu onéreux, de réaliser rapidement des analyses de grandes séries. Elle

s'adresse donc à des utilisations très diversifiées pour comparer, par exemple, des échantillons issus d'une expérimentation agronomique, ou variétale, pour des analyses de routine. Son seul inconvénient est la non-récupération possible, à des fins analytiques, de l'huile extraite.

Notre étude met en évidence l'extrême importance de l'échantillonnage dont dépend en grande partie la précision des mesures. Les graines de coton d'une même variété et, bien qu'étant issues d'une même expérimentation, ne sont pas homogènes. Elles ne possèdent pas toutes le même volume. Or, leur composition (huile, protéines, gossypol, etc.) varie, dans des proportions importantes, avec leur calibre, donc leur volume. Néanmoins, dans les conditions opératoires définies par la méthode, l'analyse de l'échantillon moyen est bien représentative de l'ensemble des graines du lot considéré.

Annexe 1

PRINCIPALES MÉTHODES DE DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN HUILE DES GRAINES OLÉAGINEUSES

Une méthode simple et rapide (oléomètre D. 10 du C.N.T.A., HAHN et RUYSEN, 1959) consiste à broyer 50 g de graines (délintées, s'il s'agit de graines de coton), avec 100 ml d'orthodichlorobenzène, pendant exactement 3 minutes. On presse le produit ainsi obtenu, on récupère le miscella, on en prend la densité. Un abaque donne, par simple lecture, la teneur en huile, corrigée en fonction de la température. La correspondance avec la méthode classique est bonne. Cette méthode nécessite un appareillage approprié (broyeur, presse, densimètres) et l'utilisation d'un solvant assez toxique et désagréable à manipuler.

La méthode de WHITTEN et BAUMANN (1963) est basée sur la détermination des caractéristiques diélectriques de l'huile que l'on extrait en broyant 50 g de graines de coton avec 200 ml d'orthodichlorobenzène. Elle nécessite l'utilisation d'un équipement spécialisé pour le broyage et l'extraction ainsi que pour la mesure des constantes diélectriques de l'huile.

La mesure rapide des teneurs en huile de graines et de farines de coton est réalisée par SIMMONS et coll. (1977) par spectroscopie infrarouge. Un appareillage spécialisé, donc coûteux, est encore nécessaire.

La spectrométrie de résonance magnétique nucléaire à basse résolution (RIBAILLIER, 1979) permet la détermination rapide de la teneur en huile des graines oléagineuses sans manipulation de solvant ni destruction des échantillons. Cette méthode présente donc un très grand intérêt, évident pour les sélec-

tionneurs, car l'échantillon, non altéré, peut être utilisé ensuite comme semence. Elle se prête bien à des analyses de très grandes séries. Son principal inconvénient est le prix élevé de l'appareillage et le fait que ce dernier doit être étalonné régulièrement. Un facteur de correction doit en effet être établi périodiquement, car les valeurs trouvées sont systématiquement plus élevées que celles que l'on obtient par simple extraction au solvant.

SHUKLA et coll. (1980) ont adapté une méthode butyrométrique au dosage des huiles des graines d'arachides. L'extraction de l'huile s'effectue en milieu sulfurique avec de l'alcool amylique. Tous les éléments solubles sont dissous, à l'exception de la matière grasse. Après centrifugation, on note la hauteur de matière grasse récupérée dans un tube calibré. La teneur en huile est calculée à l'aide d'une courbe d'étalonnage établie en comparant des valeurs trouvées au butyromètre avec des analyses parallèles effectuées au soxhlet. Il est nécessaire de tester fréquemment la courbe de corrélation avec la méthode classique au soxhlet, car les résultats d'analyses varient en fonction de facteurs difficilement contrôlables, comme l'acidité de l'huile et sa solubilité dans l'alcool amylique.

La méthode américaine officielle A a 4-38, révisée 1961 (A.O.C.S., 1964) réalise l'extraction de l'huile, avec un appareil de BUTT, sur 4 à 5 g de matière, incluse dans un papier filtre, pendant 4 heures, à l'éther de pétrole. L'huile est pesée dans le ballon taré dans lequel a lieu l'extraction. La détermination de l'humidité doit être effectuée sur une prise d'essai séparée.

Dans le cadre de travaux de recherche, certains échantillons, de petite taille (fragments d'organes, jeunes graines prélevées quelques jours après l'anthèse, pièces florales...) qui ne renferment que de très faibles quantités d'huile, ne peuvent pas être traités par la méthode classique. On doit alors avoir recours à une extraction, à froid, par un mélange de chloroforme et de méthanol. La phase chloroformique, qui renferme les lipides, est séparée de la phase aqueuse et méthanolique après lavage par l'eau et centrifugation (FOLCH et coll., 1957; BUGH et DYER, 1959; KATES, 1975). Cette méthode ne se prête pas à des analyses de routine. Elle permet d'extraire, sans altération, la totalité des lipides intracellulaires, dont l'analyse détaillée peut ensuite être réalisée.

HUBBARD et coll. (1977) comparent sept méthodes d'extraction des lipides totaux, acides gras, cholestérol et d'autres stérols à partir de produits alimentaires. Ils retiennent la méthode suivante comme étant la meilleure: extraction par un mélange de chloroforme-méthanol (2:1) à raison de 20 g de solvant pour 1 g de matière. Après filtration, l'extract brut est lavé avec 0,2 fois son volume d'eau et la fraction chloroformique est séparée. La fraction aqueuse est lavée deux fois avec le solvant. Les

phases chloroformiques sont combinées et évaporées à sec.

Plus récemment, ADNAN et coll. (1981) ont décrit l'extraction des lipides des graines d'arachides sur une colonne de célite contenant du phosphate monocalcique. Cette méthode permet de récupérer quantitativement les lipides les plus polaires, qui sont plus difficilement accessibles à d'autres solvants.

L'extraction par certains solvants est, en effet, parfois incomplète.

Ainsi, SKAU et CUCULLU (1978) constatent que le traitement de tourteaux de coton par l'éther de pétrole suivant la méthode officielle de l'A.O.C.S. (méthode Ba 3-38 1964) ne permet pas de récupérer la totalité de l'huile. Une partie de celle-ci, insoluble dans l'éther de pétrole, demeure liée aux protéines. Cette ultime fraction lipidique peut être extraite par trois procédés différents: saponification directe des lipides des tourteaux, extraction méthanolique, puis saponification ou, enfin, méthanolyse de l'extract méthanolique. Dans ce dernier cas, l'huile extraite sous forme d'esters méthyliques se prête à l'analyse chromatographique directe des acides gras et, en particulier, à celle des acides cyclopropéniques.

CHOIX D'UN SOLVANT POUR L'EXTRACTION DE L'HUILE

KATES (1975) rappelle que, dans la cellule végétale, les lipides participent à trois types d'association:

- des associations hydrophobes du type VAN DER WAALS;
- des liaisons hydrogène électrostatiques et hydrophobes dans lesquelles les lipides polaires sont liés aux protéines, au niveau des membranes plasmiques, par exemple;
- des associations covalentes avec des structures polysaccharidiques.

Ces trois types de liaison impliquent des modes d'action de solvants très différents. Les lipides associés sous forme hydrophobe peuvent être extraits par des solvants relativement non polaires, comme l'éther éthylique, le chloroforme, ou le benzène. Les lipides associés aux membranes cellulaires nécessitent des solvants polaires du type éthanol ou méthanol, pour rompre les ponts hydrogène ou les forces électrostatiques qui existent entre les lipides et les protéines.

Il découle de ces observations que l'alcool est un composant essentiel du système solvant des matières grasses. Il permet à la fois de rompre le complexe lipido-protéique et d'inactiver les enzymes de dégradation des lipides (phosphatidases et lipases).

Par contre, les lipides liés d'une manière covalente ne peuvent pas être extraits directement par quelque

solvant que ce soit. Ils doivent, au préalable, être dissociés du complexe par une hydrolyse acide ou alcaline (KATES, 1975).

Dans les cellules cotylédonaire qui constituent l'essentiel du contenu de l'amande du cotonnier, l'huile se localise à l'intérieur des sphérosomes (HENSARLING et coll., 1970), qui sont des organites de 2 µm de diamètre en moyenne délimités extérieurement par des membranes composées en partie de protéines et de phospholipides.

JACKS et coll. (1970) ont étudié à l'échelle ultrastructurale le mode d'action de différents systèmes solvants, au niveau des sphérosomes. Ils ont montré que toute l'huile contenue dans les sphérosomes est extraite par des systèmes solvants du type acétone ou hexane ou chloroforme plus méthanol.

Les systèmes: chloroforme/méthanol/eau, hexane/acétone/eau et chloroforme/méthanol extraient environ 6% de plus de lipides neutres que l'acétone/hexane, l'hexane ou l'acétone seul. Les structures intracellulaires demeurent intactes avec les solvants ne contenant pas d'eau: elles sont profondément dissociées lorsqu'on utilise les mélanges chloroforme/méthanol/eau et hexane/acétone/eau. Dans ces derniers cas, les membranes phospholipidiques qui entourent les sphérosomes sont désorganisées et libèrent leurs composants, protéines et phospholipides.

BIBLIOGRAPHIE

1. ADNAN M., C.J. ARGOUEDELIS, J. TOBIAS, W.N. MARMER and R.J. MAXWELL, 1981. — Quantitative isolation of lipids of partially defatted and whole peanuts by a dry column method. *J.A.O.C.S.*, 58, 4, 550-553.
2. AFNOR. — Recueil de normes : corps gras, graines oléagineuses, produits dérivés. Paris La Défense.
3. AFNOR, 1966. — Détermination de la teneur en huile. Graines oléagineuses. Norme française NF V 03-905. Avril 1966.
4. A.O.C.S., 1964. — Official and tentative methods of the American Oil Chemists' Society. Sallee ed. A.O.C.S., Chicago, U.S.A.
5. BELCOURT S., 1971. — A rapid method for the determination of oil groundnuts. *Rev. Agr. et Sucri. de l'île Maurice*, 50, 2, 151-154.
6. BITTENBENDER C.D., 1970. — Fat determination. A new physical method. *J. Food Sci.*, 35, 4, 460-463.
7. BLIGH E.G. and W.J. DYER, 1959. — *Can. J. Biochem. Physiol.*, 37, 911.
8. Carbon dioxide extracts seeds oils could revolutionize oil seed industry. 1981. *The Cotton Gin and Oil Mill Press*, May 30, 23.
9. CLARK S.P., 1980. — Quality of oil from acid delinted cottonseed. *J.A.O.C.S.*, 57, 11, 376-379.
10. CHEN I.S., S.J. SHEN and A.J. SHEPPARD, 1981. — Comparison of methylene chloride and chloroform for the extraction of fats from food products. *J.A.O.C.S.*, 58, 5, 599-601.
11. FOLCH J., J.M. LEES and G.A. SLOANE-STANLEY, 1957. — *J. Biol. Chem.*, 226, 497.
12. FU-KUANG LIU, S.Y. JOU and L.Y. JUNG, 1981. — A new method of detoxification of cottonseed by means of mixed solvent extraction. *J.A.O.C.S.*, 58, 2, 2, 93 A - 96 A.
13. HAHN M. et B. RUYSSSEN, 1959. — Appareil permettant l'extraction et le dosage rapide des matières grasses en laboratoire (oléomètre D.10 - CNTA). *Agron. trop.*, 14, 6, 49-60.
14. HENSARLING T.P., L.Y. YATSU and T.J. JACKS, 1970. — Extraction of lipids from cottonseed tissue : II. Ultrastructural effects of lipid extraction. *J.A.O.C.S.*, 47, 6, 224-225.
15. HENSARLING T.P., T.J. JACKS and L.Y. YATSU, 1974 t. — Extraction of lipids from cottonseed tissue : IV. Use of hexane - acetic acid. *J.A.O.C.S.*, 51, 41, 166-168.
16. HUBBARD W.D., A.J. SHEPPARD, D.R. NEWKIRK, A.R. PROSSER and F. OSGOOD, 1977. — Comparison of various methods for the extraction of total lipids, fatty acids, cholesterol and other sterols from food products. *J.A.O.C.S.*, 54, 2, 81-83.
17. International association of seed crushers. Méthodes standard recommandées pour l'analyse des graines et fruits oléagineux. *Oléagineux*, 1963, 6, 373-376.
18. I.R.C.T., 1972. — Méthode simplifiée de détermination du taux de linters des graines de coton. *Cot. Fib. trop.*, 27, 4, 403-409.
19. JACKS T.J., L.Y. YATSU and T.P. HENSARLING, 1970. — Extraction of lipids from cottonseed tissue : I. Comparison of hexane, acetone, water, its non-aqueous components and chloroform-methanol. *J.A.O.C.S.*, 47, 6, 222-223.
20. JACKS T.J., L.Y. YATSU and T.P. HENSARLING, 1974. — Extraction of lipids from cottonseed tissue : V. Ultrastructural effects of extraction with hexane-acetic acid. *J.A.O.C.S.*, 51, 4, 169-170.
21. KARNOFSKY, 1981. — Ethanol and isopropanol as solvents for full-fat cottonseed extraction. *Cott. Gin and Oil Mill Press*, 4, 26-27.
22. KATES M., 1975. — Techniques of lipidology. Elsevier Pub. Co. Inc. New York.
23. KUCK J.C. and A.J. ANGELO, 1980. — Improved method for the quantitative determination of oil content in peanuts and peanut products. *J.A.O.C.S.*, 57, 3, 128-129.
24. Methods of analysis of fats and fatty oils. Section 2-8. Determination of total neutral oil. United Kingdom. *British Standards Institution*, British standard. 1977, B 5684, Section 2-8, 4 p. ISBN 0580-09730, 7.
25. MOEN R., 1981. — An improved method for measuring oil, protein and moisture in soybeans, cottonseeds and sunflower seeds. *J.A.O.C.S.*, 58, 7, 599 A.
26. NUR I.M., 1976. — Comparing the laboratory press and soxhlet extraction method for determining oil content of some oil bearing seeds. *J. Assoc. Adv. Agr. Sc. in Africa*, 3, 1, 46-50.
27. Official Methods of Analysis of the Ass. of Official Agric. Chemists, 1965.
28. Official and tentative Methods of the American Oil Chemist's Society. 1922. Add. and Rev. 1964.
29. PONS W.A. Jr. and EAVES, 1967. — Aqueous acetone extraction of cottonseed. *J. Am. Chem. Soc.*, 44, 139 A.
30. RIBAILLIER D., 1979. — Détermination de la teneur en huile des graines de colza par résonance magnétique nucléaire. *Inform. Tech. CETIOM n° 67*. IV, 79, 19-27.
31. ROBERTSON J.A. and R.B. RUSSEL, 1981. — Comparison of three methods of determining oil content of sunflower seed. *J.A.O.C.S.*, 58, 7, 580 A.
32. SHUKLA G.B., A.N. BRAHMACHARI, C.K. SHARMA and T. NATARAJA MURTHI, 1980. — A butyrometric method for rapid determination of the oil content of ground nut seeds. *J. Food Sc. and Techn.*, 17, 5, 242-244.
33. SIMMONS J.G., C.J. FERNANDEZ, J.I. WADSWORTH and L.C. BERARDI, 1977. — Rapid measurement of oil, protein and moisture in cottonseed and cottonseed meals. *Techn. article South. Reg. Res. Cent. U.S.D.A., New Orleans. Oil Mill Gazetteer*.
34. SKAU E.L. and A.F. CUCULLU, 1978. — Determination of oil and lipids in cottonseed meal. *J.A.O.C.S.*, 55, 2, 270-271.
35. TKACHUK R., 1981. — Oil and protein analysis of whole rapeseed kernels by near infrared reflectance spectroscopy. *J.A.O.C.S.*, 58, 8, 819-822.

36. WHITTEN M.E. and L.A. BAUMANN, 1963. — Evaluation of a rapid method for determining oil content of cottonseed. *Techn. Bull. n° 1298*. U.S.D.A., 6, 19.
37. WOLFF J.P., 1968. — *Manuel d'analyse des corps gras*. Aronlay Ed. Paris.
38. YOUSSEF N.K.E., L.P. HANNA and A.M.A. WAHAB 1972. — Rapid method for the determination of

fat in plant food-stuffs containing carbohydrates. *Food Tech. Dept Univ. of Assiut, United Arab Republic. Sudan J. Food Sci. and Technol.*, 1972, 4, 34-46.

39. GUTKNECHT J. et J. FOURNIER. — Méthode de calibrage des graines de cotonnier. *Division de Technologie de l'I.R.C.T., Montpellier*. Note interne de l'I.R.C.T., inédite.

SUMMARY

The author mentions the conventional method of determining oleaginous seeds by solvent extraction and then describes the Russian method, which is simpler and more rapid. Fifteen different finely ground samples are introduced into previously weighed small bags made of filter paper. After drying and weighing, the oil is extracted in a soxhlet apparatus for 7 hours.

The bags are then removed from the apparatus and the solvent they contain evaporated; the bags are then dried and weighed again.

The oil content, expressed as a percentage of the moisture, is obtained by the difference in the weight of the bags before and after treatment with hexane: a detailed examination of the operating shows that there is a saving of time by comparison with the conventional method and that manipulation is simpler.

A statistical examination of the results of analyses of seeds and flours reveals the variations which are

due to lack of homogeneity of the raw material and those related only to the operating conditions.

In an analysis, the same sample of cotton seeds, divided into 5 lots in accordance with the diameter of the seeds, showed that the composition of the seeds differs very greatly according to their diameter and, therefore, their volume. The total content of oil and proteins increases with the size of the seeds, while the total content of gossypol decreases.

The weight of 100 seeds (seed index) and the «weight of kernels contained in 100 grains of seeds» ratio increases linearly with the size of the seeds. The chemical composition of the seeds remains constant, regardless of the volume of the seeds.

Lastly, the principal methods of determining the oil content of oleaginous seeds are reviewed.

The modes of action of the various solvents are examined, in this case of the kernels of cotton seed.

RESUMEN

El autor recuerda el método clásico de dosificación del aceite de las semillas oleaginosas mediante extracción con disolvente. Ato seguido describe el método ruso, mucho más simple y rápido. Quince muestras diferentes trituradas finamente se introducen en saquitos de papel filtro previamente secados y tarados. Después de desecación y pesada, el aceite se extrae con soxhlet durante 7 horas.

Los saquitos son retirados del aparato; el disolvente que contienen se evapora y después son secados de nuevo y pesados.

El contenido de aceite, expresado en 0% de humedad, se obtiene por diferencia de peso de los saquitos antes y después de su tratamiento con el hexano. El examen detallado de las condiciones operatorias evidencia la ganancia de tiempo realizada con respecto al método clásico, así como la sencillez de las manipulaciones.

El estudio estadístico de los resultados de análisis de las semillas y de harinas define las variaciones, que se deben a la falta de homogeneidad de la ma-

teria prima y las vinculadas únicamente a las condiciones operatorias.

El análisis de una misma muestra de semillas de algodón repartidas en cinco lotes según el diámetro de las semillas, muestra que la composición de las semillas es muy diferente según su diámetro, por consiguiente su volumen. Los contenidos de aceite y proteínas totales aumentan con el calibre de las semillas, mientras que el contenido de gossipol total disminuye.

El peso de 100 semillas (seed index) y la relación de «peso de almendras contenidas en 100 gramos de semillas» progresan de una manera lineal con el calibre de las semillas. La composición química del aceite continúa siendo constante, cualquiera que sea el volumen de las semillas.

Finalmente se pasa revista a los principales métodos de determinación del contenido de aceite de las semillas oleaginosas.

Las modalidades de acción de diferentes disolventes son examinadas en este caso particular de las almendras de semillas del algodón.